SNI

Standar Nasional Indonesia

SNI 6989-82:2018

Air dan air limbah – Bagian 82: Cara uji logam menggunakan Spektrometer Emisi Atom *Inductively Coupled Plasma Optical Emission Spectrometric* (ICP-OES)

ICS 13.040.20

Badan Standardisasi Nasional

Daftar isi

Prakata

Standar Nasional Indonesia (SNI) 6989-82:2018 dengan judul *Air dan air limbah – Bagian 82: Cara uji logam menggunakan Spektrometer Emisi Atom Inductively Coupled Plasma Optical Emission Spectrometric (ICP-OES)* merupakan SNI baru.

Standar ini disusun oleh Komite Teknis 13-03 *Kualitas Lingkungan*. Standar ini telah dibahas dan disetujui dalam rapat konsensus nasional di Jakarta, pada tanggal 20 September 2017. Konsensus ini dihadiri oleh para pemangku kepentingan (*stakeholder*) terkait, yaitu: perwakilan dari produsen, konsumen, pakar, dan pemerintah.

Standar ini telah melalui tahap jajak pendapat pada tanggal 1 Desember 2017 sampai dengan 31 Januari 2018, dengan hasil akhir disetujui menjadi SNI.

Perlu diperhatikan bahwa kemungkinan beberapa unsur dari dokumen standar ini dapat berupa hak paten. Badan Standardisasi Nasional tidak bertanggung jawab untuk pengidentifikasian salah satu atau seluruh hak paten yang ada.

Air dan Air Limbah – Bagian 82: Cara uji logam menggunakan Spektrometer Emisi Atom *Inductively Coupled Plasma Optical Emission Spectrometric* (ICP-OES)

1 Ruang lingkup

Standar ini digunakan untuk penentuan kadar logam yang terlarut dan total yaitu Al, Sb, As, Ba, Be, B, Cd, Ca, Cr, Co, Cu, Fe, Pb, Li, Mg, Mn, Mo, Ni, K, Se, Si, Ag, Na, Sr, Tl, Sn, V, Zn, menggunakan spektrometer emisi atom *Inductively Coupled Plasma Optical Emission Spectrometric (ICP-OES)* dengan panjang gelombang, batas deteksi, alternatif panjang gelombang, konsentrasi kalibrasi dan batas atas yang dianjurkan sesuai dengan Tabel B.1 Lampiran B. Metoda ini dapat digunakan untuk menganalisa logam tersebut di atas dalam contoh air, air tanah, air permukaan, air limbah dan ekstrak TCLP.

2 Istilah dan definisi

Untuk keperluan penggunaan Standar ini, berlaku istilah dan definisi berikut:

2.1
air bebas mineral
air yang diperoleh dengan cara penyulingan ataupun proses demineralisasi sehingga diperoleh air dengan konduktifitas lebih kecil dari 1 μS/cm

2.2
blind sample
larutan baku dengan kadar analit tertentu yang diperlakukan seperti contoh

2.3
kurva kalibrasi
grafik yang menyatakan hubungan antara kadar larutan kerja dengan hasil pembacaan intensitas yang merupakan garis lurus

2.4
larutan baku logam campuran
larutan induk logam yang diencerkan dengan air bebas mineral sampai kadar tertentu

2.5
larutan kerja logam campuran
larutan baku logam campuran yang diencerkan, digunakan untuk membuat kurva kalibrasi
2.6.
larutan blanko kalibrasi
air bebas mineral yang perlakuannya sama dengan larutan kerja

2.7
larutan blanko metode
Air bebas mineral yang perlakuan sama dengan contoh uji
2.8
larutan induk campuran *(multi element standard solution)*
larutan yang mempunyai kadar logam 1.000 mg/L yang digunakan untuk membuat larutan baku dengan kadar yang lebih rendah

2.9
larutan pengencer
larutan yang digunakan untuk mengencerkan larutan kerja, yang dibuat dengan cara menambahkan asam nitrat pekat ke dalam air bebas mineral sampai pH ≤ 2

2.10
spike matrix
contoh uji yang diperkaya dengan larutan baku dengan kadar tertentu

3 Cara uji

3.1 Prinsip

Saat logam mendapatkan energi dari plasma menyebabkan logam tereksitasi pada tingkat energi yang lebih tinggi. Keadaan tereksitasi ini tidak stabil, kemudian atom kembali ke keadaan dasar dan mengemisikan energi dalam bentuk spektrum sesuai dengan panjang gelombang yang spesifik untuk masing-masing logam.

3.2 Bahan

a) air bebas mineral;
b) asam klorida (HCl) 1:1;
c) asam nitrat (HNO_3) pekat;
d) asam nitrat (HNO_3) 1:1;
   Tambahkan 500 ml HNO_3 pekat ke dalam 400 mL air bebas mineral dan encerkan sampai 1 l.
e) larutan kalsium karbonat ($CaCO_3$);
   1) Larutkan 630 mg kalsium karbonat ($CaCO_3$) dalam 50 ml HCl 1 + 5. Jika diperlukan, panaskan sampai pelarutan sempurna.
   2) Dinginkan dan larutkan hingga 1.000 ml dengan air bebas mineral.
f) asam klorida (HCl) 1%, 10%, 20% (semuanya v/v), 1+5, 1+1 dan pekat;
g) larutan lantan oksida (La_2O_3);
   1) larutkan 58.65 g lantan oksida (La_2O_3) ke dalam 250 ml HCl pekat;
   2) tambahkan HCl pekat perlahan-lahan sampai lantan oksida larut dan encerkan sampai 1.000 ml dengan menggunakan air bebas mineral.
h) H_2O_2 30%;
i) asam nitrat (HNO_3) 2% (v/v), konsentrasi 1+1 dan konsentrasi pekat;
j) larutan standar stok;
   1) Buat larutan standar seri logam dalam rentang konsentrasi optimum dengan pengenceran yang sesuai pada larutan stok logam dengan menggunakan air yang mengandung 1,5 ml HNO_3 per liter.
   2) Larutan stok standar telah tersedia di sejumlah supplier. Sebagai alternatif, buat stok standar seperti diuraikan di bawah.
   3) Lakukanlah pengeringan terhadap standar pereaksi yang akan digunakan pada suhu 108°C selama 2 jam dan simpan dalam desikator hingga bobot stabil. Secara umum gunakan pereaksi dengan kemurnian yang paling tinggi. Untuk hidrat, gunakan pereaksi yang segar.

CATATAN Beberapa garam logam merupakan racun keras dan menyebabkan bahaya yang fatal jika tertelan. Cuci tangan secara langsung setelah menangani bahan ini.

(a) larutan standar aluminium (Al)
   (1) larutkan 0,100 g logam aluminium dalam campuran asam yaitu 4 ml HCl (1+4) dan 1 ml HNO_3 pekat di dalam gelas piala. Hangatkan perlahan-lahan.

(2) pindahkan larutan ke dalam labu ukur 1.000 ml, tambahkan 10 ml HCl (1+1) dan encerkan sampai 1.000 ml dengan menggunakan air bebas mineral. (1,00 ml ≈ 100 µg Al)

(b) larutan standar antimon (Sb)
 (1) larutkan 0,2669 gram $K(SbO)C_4H_4O_6$ dalam air bebas mineral;
 (2) tambahkan 10 ml HCl 1 : 1 lalu encerkan hingga 1.000 ml dengan air bebas mineral. (1 ml ≈ 100 µg Sb)

(c) larutan standar arsen (As)
 (1) larutkan 1,534 g arsen pentoksida (As_2O_3) dengan air bebas mineral yang mengandung 4 g NaOH;
 (2) encerkan hingga 1 l. (1,00 mL ≈ 1,00 mg As (V))

(d) larutan standar barium (Ba)
 (1) larutkan 0,1516 g $BaCl_2$ (keringkan pada suhu 250ºC selama 2 jam) dalam kira-kira 10 ml air dengan 1 ml HCl (1+1);
 (2) tambahkan 10 ml HCl (1+1) dan encerkan menjadi 1.000 ml dengan menggunakan air bebas mineral. (1.00 ml ≈ 100 µg Ba)

(e) larutan standar berilium (Be)
 (1) padatan standar, jangan dikeringkan.
 (2) larutkan 1,966 g $BeSO_4.4H_2O$ dalam air;
 (3) tambahkan 10,0 ml HNO_3 pekat dan encerkan sampai 1.000 ml dengan menggunakan air. (1.00 ml ≈ 100 µg Be)

(f) larutan standar boron (B)
 Jangan dikeringkan tetapi simpan dalam botol dengan tutup yang rapat dan simpan dalam desikator. Larutkan 0,5716 g H_3BO_3 anhidrat dalam air bebas mineral dan encerkan hingga 1.000 ml. (1 ml ≈ 100 µg B).

(g) larutan standar kadmium (Cd)
 (1) larutkan 0,100 logam kadmium di dalam 4 ml HNO_3 pekat;
 (2) tambahkan 8,0 ml HNO_3 pekat lalu encerkan hingga 1.000 ml dengan air bebas mineral. (1 ml ≈ 100 µg Cd)

(h) larutan standar kalsium (Ca)
 (1) endapkan 0,2497 $CaCO_3$ (keringkan pada 180°C selama 1 jam, sebelum penimbangan) dalam air bebas mineral, larutkan dengan hati-hati menggunakan HNO_3 1 : 1;
 (2) tambahkan 10 ml HNO_3 pekat dan encerkan hingga 1.000 ml dengan air bebas mineral. (1 ml ≈ 100 µg Ca)

(i) larutan standar kromium (Cr)
 (1) larutkan 0,1923 g CrO_3 dalam air bebas mineral hingga larut sempurna;
 (2) asamkan dengan 10 ml HNO_3 pekat, larutkan hingga 1.000 ml dengan air bebas mineral. (1 ml ≈ 100 µg Cr)

(j) larutan standar kobalt (Co)
 (1) larutkan 0,1000 gram logam kobal dalam HNO_3 1 :1;
 (2) tambahkan 10 ml HCl 1 : 1, larutkan hingga 1.000 ml dengan air bebas mineral. (1 ml ≈ 100 µg Co)

(k) larutan standar tembaga (Cu)
 Larutkan 0,100 logam Cu dalam 2 ml HNO_3 pekat, tambahkan 10 mL HNO_3 pekat dan encerkan hingga 1.000 ml dengan air bebas mineral. (1 ml ≈ 100 µg Cu)

(l) larutan standar besi (Fe)
 (1) larutkan 0,100 kawat besi di dalam campuran 10 ml HCl 1 : 1 dan 3 ml HNO_3 pekat;
 (2) tambahkan 5 ml HNO_3 pekat dan encerkan hingga 1.000 ml dengan air bebas mineral. (1 ml ≈ 100 µg Fe)

(m) larutan standar timbal (Pb)
Larutkan 0,1598 gram $Pb(NO_3)_2$ dalam sedikit HNO_3 pekat, tambahkan 10 ml HNO_3 pekat dan encerkan hingga 1.000 ml dengan air bebas mineral. (1 ml = 100 μg Pb)

(n) larutan standar litium (Li)
(1) larutkan 0,5323 gram Li_2CO_3 di dalam sedikit HNO_3 1 : 1;
(2) tambahkan 10 ml HNO_3 pekat dan encerkan hingga 1.000 ml dengan air bebas mineral. (1 ml $\approx$ 100 μg Li)

(o) larutan standar magnesium (Mg)
(1) larutkan 0,1658 gram MgO di dalam sedikit HNO_3 1 : 1;
(2) tambahkan 10 ml HNO_3 pekat dan encerkan hingga 1.000 ml dengan air bebas mineral. (1 ml $\approx$ 100 μg Mg)

(p) larutan standar mangan (Mn)
Larutkan 0,1000 logam mangan dalam 10 ml HCl pekat dicampur dengan 1 ml HNO_3 pekat. Encerkan hingga 1.000 ml dengan air bebas mineral. (1 ml $\approx$ 100 μg Mn)

(q) larutan standar molibdenum (Mo)
Larutkan 0,2043 g $(NH4)_2MoO_4$ dalam air bebas mineral dan encerkan sampai 1.000 ml. (1.00 ml $\approx$ 100 µg Mo)

(r) larutan standar nikel (Ni)
Larutkan 0,1000 g logam nikel dalam 10 ml HNO_3 pekat panas, dinginkan dan encerkan hingga 1.000 ml dengan air bebas mineral. (1 ml $\approx$ 100 μg Ni)

(s) larutan standar kalium (K)
Larutkan 0,1907 gram KCl (keringkan pada 110°C) dalam air bebas mineral hingga 1.000 ml. (1 ml $\approx$ 100 μg K)

(t) larutan standar selenium (Se)
(1) larutkan 2,393 g sodium selenat, Na_2SeO_4 dengan air bebas mineral yang mengandung 10 ml HNO_3 pekat;
(2) encerkan hingga 1 l. (1,00 ml $\approx$ 1,00 mg Se (IV))

(u) larutan standar silika (Si)
Jangan dikeringkan. Larutkan 0,4730 g $Na_2SiO_3.9H_2O$ dalam air. Tambahkan 10,0 ml HNO_3 pekat dan encerkan sampai 1.000 ml dengan air, kemudian simpan dalam polietilena. (1,00 ml $\approx$ 100 µg SiO_2)

(v) larutan standar perak (Ag)
Larutkan 0,1575 gram $AgNO_3$ dalam 100 ml, tambahkan 10 ml HNO_3 lalu encerkan hingga 1.000 ml dengan air bebas mineral. (1 ml $\approx$ 100 μg Ag)

(w) larutan standar natrium (Na)
Larutkan 0,2452 NaCl (keringkan pada 140°C) di dalam air bebas mineral, tambahkan 10 ml HNO_3 pekat dan encerkan hingga 1.000 ml. (1 ml $\approx$ 100 μg Na)

(x) larutan standar stronsium (Sr)
(1) endapkan 0,1685 gram $SrCO_3$ dalam air bebas mineral dan larutkan dengan hati-hati dalam sedikit HNO_3 1 : 1;
(2) tambahkan 10 ml HNO_3 pekat dan encerkan hingga 1.000 ml dengan air bebas mineral. (1 ml $\approx$ 100 μg Sr)

(y) larutan standar talium (Tl)
(1) larutkan 0,1303 g talium nitrat, $TlNO_3$ dalam air bebas mineral.
(2) tambahkan 10 ml HNO_3 pekat dan encerkan hingga 1.000 ml dengan air bebas mineral. (1 ml $\approx$ 100 μg Tl)

(z) larutan standar timah (Sn)
(1) larutkan 1,0000 g timah (Sn) dalam 200 ml HCl (1:1) sambil dipanaskan untuk melarutkan logam timah.
(2) encerkan dengan HCl (1:1) hingga volume 1 l.

(aa) larutan standar vanadium (V)
(1) larutkan 0,2297 g ammonium metavanadat, NH_4VO_3, dalam sejumlah minium HNO_3 pekat. Panaskan untuk melarutkan;
(2) tambahkan 10 ml HNO_3 pekat dan encerkan sampai 1.000 ml dengan menggunakan air bebas mineral. (1,00 ml ≈ 100 µg V)

(bb) larutan standar seng (Zn)
Larutkan 0,100 gram logam seng dalam 20 mL HCl 1 : 1 dan encerkan hingga 1.000 ml dengan menggunakan air bebas mineral. (1 ml ≈ 100 µg Zn)

CATATAN Larutan induk logam campuran dapat menggunakan larutan standar multi elemen yang tersedia secara komersial.

k) Argon UHP (kemurnian minimum 99,99%);
l) kertas saring.

3.3 Peralatan

a) Spektrometer emisi atom ICP-OES;
b) lempeng pemanas atau pemanas listrik*;*
c) penangas air (*water bath)*;
d) *Erlenmeyer* asah 125 ml atau *Griffin gelas piala* 150 ml (cuci dengan asam dan bilas dengan air);
e) labu ukur 100 ml;
f) pipet volumetrik ukuran 1 ml, 2 ml, 5 ml, dan 10 ml;
g) gelas piala ukuran 250 ml;
h) kaca arloji;
i) pengaduk ujung berkaret; dan
j) pengaduk ujung tidak berkaret.

3.4 Pengawetan contoh uji

Bila contoh uji tidak dapat segera diuji, maka contoh uji diawetkan sesuai petunjuk di bawah ini:

Wadah	:	Botol plastik polietilena *(polyethylene)* atau botol gelas
Pengawet	:	a) Untuk logam terlarut, saring dengan saringan membran berpori 0,45 µm dan filtratnya diasamkan dengan HNO_3 pekat hingga pH ≤ 2. b) Untuk logam total, asamkan dengan HNO_3 pekat hingga pH ≤ 2
Lama penyimpanan	:	6 bulan
Kondisi penyimpanan	:	Suhu ruang

3.5 Persiapan pengujian

3.5.1 Pembuatan larutan standar kalibrasi

a) Buat standar kalibrasi campuran yang mengandung konsentrasi yang terdapat pada Tabel B.1 dengan menggabungkan larutan stok yang sesuai di dalam labu ukur 100 ml.
b) Tambahkan 2 ml HNO_3 (1+1) dan 10 ml HCl (1+1) kemudian encerkan dengan air hingga 100 ml.

CATATAN 1 Sebelum membuat campuran standar, uji setiap larutan stok secara terpisah untuk menentukan kemungkinan gangguan spektra atau adanya pengotor-pengotor.

CATATAN 2 Pada saat pembuatan campuran standar pastikan bahwa elemen tersebut dapat dicampurkan dan stabil.

CATATAN 3 Simpan larutan campuran standar dalam botol *fluorocarbon* atau jangan gunakan botol polietilena.

CATATAN 4 Lakukan verifikasi terhadap standar kalibrasi pada tahap awal dengan menggunakan standar pengendalian mutu. Amati kestabilannya dalam waktu seminggu.

CATATAN 5 Anjuran penggabungan yang diusulkan pada garis pengujian dalam Tabel B.1 sebagai alternatif penggabungan yang masih dapat diterima, yaitu:

(1) Larutan standar campuran I : mangan, berilium, kadmium, timbal, selenium, dan seng.
(2) Larutan standar campuran II : barium, tembaga, besi, vanadium, dan kobalt.
(3) Larutan standar campuran III : molibdenum, silika, arsen, stronsium dan litium.
(4) Larutan standar campuran IV : kalsium, natrium, kalium, aluminium, kromium dan nikel.
(5) Larutan standar campuran V : antimon, boron, magnesium, perak dan talium. Jika penambahan perak menimbulkan pengendapan, tambahkan 15 ml air dan hangatkan labu hingga larutan jernih. Dinginkan dan encerkan sampai 100 ml dengan menggunakan air. Untuk penggabungan asam ini batas konsentrasi perak sampai 2 mg/l. Perak dibawah kondisi tersebut stabil dalam matrik air leding (tap water) selama 30 hari. Konsentrasi perak di atas batas tersebut memerlukan penambahan HCl.

CATATAN 6 Dapat menggunakan larutan standar campuran (*multi element standard solution*) yang sudah tersedia secara komersial.

3.5.2 Pembuatan larutan blanko kalibrasi

Encerkan 2 ml HNO_3 1+1 dan 10 ml HCl 1+1 menjadi 100 ml dengan menggunakan air bebas mineral.

CATATAN Buat larutan secukupnya dan gunakan untuk membilas sistem pembacaan antara standar dan contoh uji.

3.5.3 Pembuatan larutan blanko metode

Buat blanko metode yang mengandung pereaksi asam sesuai dengan konsentrasi yang sama seperti larutan contoh.

3.5.4 Pembuatan larutan standar untuk uji kinerja peralatan

a) Buat larutan standar yang mengandung pereaksi asam yang sama seperti larutan blanko kalibrasi dan konsentrasinya sesuai dengan yang disarankan pada buku manual peralatan.
b) Lakukan uji kinerja peralatan sesuai dengan buku manual alat.

3.5.5 Pembuatan larutan baku logam campuran, 10 mg/l

a) pipet 10 ml larutan induk logam campuran 100 mg/l ke dalam labu ukur 100 ml;
b) tepatkan dengan larutan pengencer sampai tanda tera dan homogenkan.

3.5.6 Pembuatan larutan baku logam campuran, 1 mg/l

a) pipet 10 ml larutan induk logam campuran 10 mg/l ke dalam labu ukur 100 mL;
b) tepatkan dengan larutan pengencer sampai tanda tera dan homogenkan.

3.5.7 Pembuatan larutan kerja logam campuran

Buat deret larutan kerja dengan 1 (satu) blanko dan minimal 3 (tiga) kadar yang berbeda dalam labu ukur 50 ml secara proporsional dan berada pada rentang pengukuran. Kadar larutan kerja terendah adalah LoQ metode yang digunakan.

CATATAN *Level of Quantitation* (LoQ) adalah kadar analit yang menghasilkan *signal* lebih besar dari blanko pada kondisi kegiatan rutin laboratorium. LoQ = 3,18 MDL = 3,18 (3,143 SD) = 10 SD, pada 7 (tujuh) kali pengulangan pengujian.

3.6 Prosedur

Lakukan pembuatan kurva kalibrasi, preparasi dan pengukuran contoh uji, dan pengukuran efektivitas destruksi secara simultan.

3.6.1 Preparasi contoh uji (*digest* dgn HNO_3 / HCl)

a) pindahkan sejumlah volume terukur yang sudah homogen dengan pengawet contoh ke dalam gelas piala dan disesuaikan dengan perkiraan konsentrasi contoh uji sesuai Tabel 1;

Tabel 1 – Contoh penentuan volume contoh uji yang disesuaikan dengan perkiraan konsentrasi contoh uji

Perkiraan konsentrasi logam (mg/l)	Perkiraan volume contoh (ml)
< 0,1	1.000
0,1 – 10	100
10 – 100 +	10

Sumber: *Standard Methods for the Examination Water and Waste Water, APHA-AWWA-WWF, 22nd. Ed, 2012, Part 3030F*

b) tambahkan 3 ml HNO_3 pekat dan tutup dengan kaca arloji (lakukan di dalam lemari asam);
c) tempatkan gelas piala di atas penangas air dan uapkan dengan hati-hati sampai kurang dari 5 ml;

CATATAN Jika menggunakan pemanas listrik, pastikan contoh tersebut tidak mendidih dan area di dalamnya tidak kering.

d) dinginkan dan bilas dinding gelas piala dan kaca arloji dengan air bebas mineral dan tambahkan 5 ml HNO_3 pekat;
e) tutup wadah dengan kaca arloji dan simpan di atas pemanas listrik;
f) tingkatkan suhu pemanas listrik sedemikian hingga mendidih;
g) lanjutkan pemanasan sampai tidak terbentuk gas NO_2 (umumnya ditunjukkan dengan perubahan warna menjadi kuning kecoklatan dengan dilanjutkannya proses refluks), jika destruksi belum sempurna (ditandai dengan contoh uji yang keruh) tambahkan asam sesuai kebutuhan;
h) setelah dingin tambahkan 10 ml HCl 1:1 dan 15 ml air bebas mineral, kemudian panaskan kembali selama 15 menit;
i) dinginkan, cuci dinding gelas piala dan kaca arloji dengan air bebas mineral, saring;
j) pindahkan filtrat secara kuantitatif ke dalam labu ukur 100 ml;

CATATAN Untuk logam perak (Ag) gunakan destruksi dengan asam nitrat (HNO_3).

3.6.2 Pengoperasian dan Optimasi alat ICP

Operasikan dan optimasikan alat sesuai dengan petunjuk penggunaan alat.

3.6.3 Pengukuran contoh uji

a) aspirasikan larutan blanko pengujian dan larutan kerja logam campuran ke dalam ICP-OES;
b) buat kurva kalibrasi dan tentukan persamaan garis lurusnya;
c) jika koefisien korelasi regresi linier (r) lebih kecil dari 0,995, ulangi langkah a) dan b) hingga diperoleh nilai koefisien r ≥ 0,995;
d) aspirasikan larutan larutan blanko metode dan contoh uji ke dalam ICP-OES, kemudian rekam hasil pengukuran.

3.6.4 Perhitungan dan koreksi

3.6.4.1 Blanko koreksi

1) Kurangi hasil pembacaan standar dengan hasil pembacaan blanko kalibrasi untuk mengkompensasi fluktuasi *baseline*.
2) Pastikan bahwa blanko kalibrasi yang digunakan untuk koreksi standar tidak terkontaminasi pada saat pengukuran
3) Gunakan hasil pengujian blanko metode untuk mengkoreksi kontaminasi pereaksi.

3.6.4.2 Perhitungan kadar logam dalam contoh uji

$$\text{Kadar logam} = C \times F_p$$

Keterangan:
C adalah kadar yang didapat dari hasil pengukuran (mg/l);
F_p adalah faktor pengenceran.

4 Pengendalian mutu

a) Gunakan bahan kimia berkualitas murni (pa).
b) Gunakan alat gelas bebas kontaminan.
c) Gunakan alat ukur dan alat gelas yang terkalibrasi.
d) Cuci semua peralatan gelas atau plastik dengan larutan pencuci.
e) Dikerjakan oleh analis yang kompeten.
f) Lakukan analisis dalam jangka waktu yang tidak melampaui waktu penyimpanan maksimum.
g) Perhitungan koefisien korelasi regresi linier (r) lebih besar atau sama dengan 0,995 dengan intersep lebih kecil atau sama dengan batas deteksi.
h) Lakukan analisis blanko dengan frekuensi 5 % sampai dengan 10 % per batch (satu seri pengukuran) atau minimal 1 kali untuk contoh uji kurang dari 10 sebagai kontrol kontaminasi.
i) Lakukan analisis duplo dengan frekuensi 5 % sampai dengan 10 % per satu seri pengukuran atau minimal 1 kali untuk jumlah contoh uji kurang dari 10 sebagai kontrol ketelitian analisis. Jika Perbedaan Persen Relatif (*Relative Percent Difference*/RPD) lebih besar dari 10 %, maka dilakukan pengukuran ketiga.

Persen RPD

$$\text{Persen RPD} = \left|\frac{\text{hasil pengukuran-duplikat pengukuran}}{(\text{hasil pengukuran} + \text{duplikat pengukuran})/2}\right| \times 100\%$$

j) Lakukan kontrol akurasi dengan salah satu standar kerja dengan frekuensi 5 % sampai dengan 10 % per batch atau minimal 1 kali untuk 1 *batch*. Kisaran persen temu balik untuk standar kerja 90 % sampai dengan 110 %.

Persen temu balik (% *recovery*, %R)

$$\% R = \left(\frac{A - B}{C}\right) \times 100\ \%$$

Keterangan:
A adalah kadar contoh uji yang diperkaya (spike)(mg/l);
B adalah kadar contoh uji (mg/l);
C adalah kadar standar yang ditambahkan (target value) (mg/l).

k) Lakukan kontrol akurasi dengan *spike matrix* dengan frekuensi 5 % sampai dengan 10 % per batch atau minimal 1 kali untuk 1 *batch*. Kisaran persen temu balik untuk spike matrix adalah 85 % sampai dengan 115 %.

Persen temu balik (% *recovery*, %R)

$$\% R = \left(\frac{A - B}{C}\right) \times 100\ \%$$

Keterangan:
A adalah kadar contoh uji yang diperkaya (*spike*)(mg/l);
B adalah kadar contoh uji (mg/l);
C adalah kadar standar yang ditambahkan (*target value*) (mg/l).

CATATAN 1 Kadar *spike matrix* yang ditambahkan maksimum 5% dari volume contoh uji.

CATATAN 2 Hasil akhir kadar contoh uji yang diperkaya (*spike matrix*) berkisar 2 kali kadar contoh uji. Kadar contoh uji yang sudah di-*spike* berada pada kisaran rentang pengukuran

Lampiran A
(normatif)
Pelaporan

Catat pada buku kerja hal-hal sebagai berikut:

1) Parameter yang dianalisis.
2) Nama dan tanda tangan analis.
3) Tanggal analisis.
4) Batas deteksi.
5) Perhitungan.
6) Data pengambilan contoh uji.
7) Hasil pengukuran contoh uji.
8) Kadar masing masing logam dalam contoh uji.

Lampiran B
(informatif)
Panjang gelombang yang disarankan, perkiraan batas deteksi, alternatif panjang gelombang, konsentrasi kalibrasi dan batas atas konsentrasi

Tabel B.1 – Panjang gelombang yang disarankan, perkiraan batas deteksi, alternatif panjang gelombang, konsentrasi kalibrasi dan batas atas konsentrasi

Unsur	Panjang gelombang yang dianjurkan (nm)	Perkiraan Batas deteksi[a] (mg/L)	Alternatif Panjang Gelombang[b] (nm)	Konsentrasi kalibrasi (mg/L)	Batas atas konsentrasi[c] (mg/L)
Aluminium (Al)	308,22	0,04	237,32	10,0	100
Antimon (Sb)	206,83	0,03	217,58	10,0	100
Arsen (As)	193,70	0,05	189.04[d]	10,0	100
Barium (Ba)	455,40	0,002	493,41	1,0	50
Berilium (Be)	313,04	0.0003	234,86	1,0	10
Boron (B)	249,77	0,005	249,68	1,0	50
Kadmium (Cd)	226,50	0,004	214,44	2,0	50
Kalsium (Ca)	317,93	0,01	315,89	10,0	100
Kromium (Cr)	267,72	0,007	206,15	5,0	50
Kobalt (Co)	228,62	0,007	230,79	2,0	50
Tembaga (Cu)	324,75	0,006	219,96	1,0	50
Besi (Fe)	259,94	0,007	238,20	10,0	100
Timbal (Pb)	220,35	0,04	217,00	10,0	100
Litium (Li)	670,78	0,004[e]	-	5,0	100
Magnesium (Mg)	279,08	0,03	279,55	10,0	100
Mangan (Mn)	257,61	0,002	294,92	2,0	50
Molibdenum (Mo)	202,03	0,008	203,84	10,0	100
Nikel (Ni)	231,60	0,015	221,65	2,0	50
Kalium (K)	766,49	0,1[e]	769,90	10,0	100
Selenium (Se)	196,03	0,075	203,99	5,0	100
Silika (Si)	212,41	0,02	251,61	21,4	100
Perak (Ag)	328,07	0,007	338,29	2,0	50
Natrium (Na)	589,00	0,03[e]	589,59	10,0	100
Stronsium (Sr)	407,77	0,0005	421,55	1,0	50
Timah (Sn)	189,980[f]	0,017	-	-	-
Talium (Tl)	190,86[d]	0,04	377,57	10,0	100
Vanadium (V)	292,40	0,008	-	1,0	50
Seng (Zn)	213,86	0,002	206,20	5,0	100

Sumber: *Standard Methods for the Examination Water and Waste Water, APHA-AWWA-WWF, 22nd. Ed, 2012, Part 3120*

Keterangan:

a Batas deteksi merupakan *Instrument Detection Limit* (IDL)

b Panjang gelombang lain dapat digunakan sebagai pengganti jika dapat menyediakan sensitivitas yang diperlukan dan dilakukan koreksi untuk gangguan spektra.

c Menguraikan ujung atas rentang kalibrasi yang efektif. Jangan melakukan ekstrapolasi untuk konsentrasi di atas standar yang paling tinggi.

d Tersedia dengan vakum atau gas inert yang dibersihkan melalui lintasan optik.
e Sensitif pada kondisi pengoperasian.
f Panjang gelombang untuk pengujian timah (Sn) dapat menggunakan panjang gelombang lain yang mengacu pada buku manual alat.

CATATAN Batas deteksi yang dicantumkan dalam Tabel B.1 adalah batas deteksi berdasarkan referensi. Setiap laboratorium diharapkan dapat menentukan limit deteksinya sendiri.

Lampiran C
(informatif)
Contoh perhitungan verifikasi metode

Contoh perhitungan ini berdasarkan pengujian logam timbal (Pb).

C.1 Pembuatan Kurva Kalibrasi

Tabel C.1 – Pembuatan kurva kalibrasi

C (mg/L)	Intensitas
0	7
0,2	18
0,5	34
1	55
2	109
5	260

Sumber: Laboratorium lingkungan PT Sucofindo SBU Laboratorium

Koefisien regresi (r) = 0,999

C.2 Penentuan *Method Detection Limit* (MDL)

Tabel C.2 – Penentuan *Method Detection Limit* (MDL) dengan konsentrasi spike 0,2 mg/l

PRESISI	Konsentrasi (mg/l)	% Recovery
Spike-1	0,20	98
spike-2	0,22	110,5
Spike-3	0,22	110,5
Spike-4	0,20	99
Spike-5	0,17	86
Spike-6	0,20	98
Spike-7	0,15	73,5
Spike-8	0,20	98
Spike-9	0,17	86
Spike-10	0,27	135
		99,45
average	**0,20**	
SD	**0,034**	
MDL	**0,09**	mg/L
LOQ	0,34	mg/L

Sumber: Laboratorium lingkungan PT Sucofindo SBU Laboratorium

C.3 Uji keberterimaan MDL

Tabel C.3 – Keberterimaan MDL

No.	Syarat keberterimaan	Hasil	Kesimpulan
1	10 x MDL > spike	10 x 0,09 (0,9) > 0,20	Diterima
2	MDL < spike	0,09 < 0,20	Diterima
3	MDL < regulasi	[a]Pb 0,1 mg/L	Diterima
		[b]Pb 0,03 mg/L	Ditolak
4	S/N (average/SD) 2,5 - 10	0,20/0,034 = 5,91	Diterima
5	Recovery 80 – 120 %	99,45	Diterima

Sumber: Laboratorium lingkungan PT Sucofindo SBU Laboratorium

Keterangan:
a Baku mutu berdasarkan Peraturan Menteri LH No. 5 Tahun 2014
b Baku mutu berdasarkan PP RI no. 82 tahun 2001

CATATAN Apabila MDL di atas baku mutu disarankan menggunakan metode lain.

Bibliografi

[1] *Standard Methods for the Examination Water and Waste Water, APHA-AWWA-WWF, 22nd. Ed, 2012, Part No. 3120B and Part No. 3030F*

[2] US EPA SW-846 Method 6010 D, *Inductively Coupled Plasma-Optical Emission Spectrometry*

[3] Peraturan Menteri Lingkungan Hidup Republik Indonesia Nomor 5 Tahun 2014 tentang *Baku Mutu Air Limbah*

[4] Peraturan Pemerintah Republik Indonesia Nomor 82 Tahun 2001 tentang *Pengelolaan Kualitas Air dan Pengendalian Pencemaran Air*

Informasi pendukung terkait perumus standar

[1] Komtek perumus SNI

Komite Teknis 13-03 *Kualitas Lingkungan*

[2] Susunan keanggotaan Komtek perumus SNI

Ketua	:	Noer Adi Wardojo
Wakil Ketua		Giri Darminto
Sekretaris	:	Diah Wati Agustayani
Anggota	:	1. Ardeniswan
		2. Henggar Hardiani
		3. Muhamad Farid Sidik
		4. M.S. Belgientie TRO
		5. Noor Rachmaniah
		6. Oges Susetio
		7. Rina Aprishanty
		8. Sri Bimo Andy Putro
		9. Sunardi
		10. Yuli Purwanto

[3] Konseptor rancangan SNI

Yuli Purwanto, S.Si
PT. Sucofindo Cabang Bandung

[4] Sekretariat pengelola Komtek perumus SNI

Pusat Standardisasi Lingkungan dan Kehutanan
Sekretariat Jenderal Kementerian Lingkungan Hidup dan Kehutanan
Kementerian Lingkungan Hidup dan Kehutanan